

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 04-269806

(43)Date of publication of application : 25.09.1992

(51)Int.Cl.

H01F 1/08
H01F 1/053
// C22C 33/02

(21)Application number : 03-053105

(71)Applicant : DOWA MINING CO LTD

(22)Date of filing : 26.02.1991

(72)Inventor : SATO YUICHI
DOI TETSUO
TANAKA NAOAKI
IDEI MIKIO
UEDA TOSHIO
KUNO SEIICHI

(54) OXIDATION-RESISTANT R-FE-B-C BOND MAGNET

(57)Abstract:

PURPOSE: To improve the oxidation resistance of an R (rare-earth element)-Fe-B magnet.

CONSTITUTION: This R-Fe-B-C bond magnet is constituted of the powder of an R-Fe-B-C magnetic alloy (R: at least one of rare-earth elements including Y) containing magnetic crystal grains, each of which contains $\leq 16\text{wt.}\%$ (excluding 0%) of C and is coated with an oxidation-resistant protective film, and a resin component, with the volumetric percent of the resin component being adjusted to $\leq 50\%$.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

BEST AVAILABLE COPY

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平4-269806

(43) 公開日 平成4年(1992)9月25日

(51) Int.Cl. ⁴	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
H 0 1 F 1/08	A	7371-5E		
L/053				
/ C 2 2 C 33/02	J	7619-4K		
		7371-5E	H 0 1 F 1/04	H

審査請求 未請求 請求項の数5(全6頁)

(21) 出願番号 特願平3-53105

(22) 出願日 平成3年(1991)2月26日

(71) 出願人 000224798

同和鉱業株式会社

東京都千代田区丸の内1丁目8番2号

(72) 発明者 佐藤 祐一

東京都千代田区丸の内一丁目8番2号同和
鉱業株式会社内

(72) 発明者 土肥 哲男

東京都千代田区丸の内一丁目8番2号同和
鉱業株式会社内

(72) 発明者 田中 直明

東京都千代田区丸の内一丁目8番2号同和
鉱業株式会社内

(74) 代理人 弁理士 和田 憲治

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 耐酸化性に優れたR-Fe-B-C系ボンド磁石

(57) 【要約】

【目的】 R(希土類元素)-Fe-B系磁石の耐酸化性を向上させる。

【構成】 R-Fe-B-C系の合金粉末(但し、RはYを含む希土類元素の少なくとも1種)であって且つ該合金粉末中の磁性結晶粒の各々が16重量%以下(0重量%含まず)のCを含む耐酸化性保護膜で覆われている磁性合金粉末と、体積比率で50%以下の樹脂成分とでR-Fe-B-C系ボンド磁石を構成する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 R-Fe-B-C系の合金粉末（但し、RはYを含む希土類元素の少なくとも1種）であって且つ該合金粉末中の磁性結晶粒の各々が16重量%以下（0重量%を含まず）のCを含む耐酸化性保護膜で覆われている磁性合金粉末と、体積比率で50%以下の樹脂成分とからなるR-Fe-B-C系ボンド磁石。

【請求項2】 磁性結晶粒は、粒径が0.3~50 μ mの範囲にあり、耐酸化性保護膜の厚みが0.001~30 μ mの範囲にある請求項1に記載のボンド磁石。

【請求項3】 耐酸化性保護膜の0.05~16重量%が、Cである請求項1または2に記載のボンド磁石。

【請求項4】 該磁性合金粉末の組成（磁性結晶粒と耐酸化性保護膜とを併せた全体の組成）が、原子百分比でR:10~30%、B:7%以下（0原子%を含まず）、C:0.1~20%、残部がFeおよび製造上不可避免の不純物からなる請求項1、2または3に記載のボンド磁石。

【請求項5】 Bは2%未満（0原子%を含まず）である請求項4に記載のボンド磁石。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、希土類(R)-鉄(Fe)-硼素(B)-炭素(C)からなる磁性合金粉末と樹脂成分とからなる耐酸化性の優れたボンド磁石に関する。

【0002】

【従来の技術】近年、Sm-Co磁石の磁力を凌ぐ次世代の永久磁石としてR-Fe-B系磁石が佐川らによって開示されて以来、多くの報告がなされてきた。しかしながら該磁石はSm-Co系磁石に比べて磁力では優れるものの、その磁気特性の耐酸化性が著しく劣り、例えば、特開昭59-46008号公報で開示された永久磁石材料では、実質上耐得ることは困難である。

【0003】また、該磁石合金は通常は焼結法によって製造されることから、製品化するためには、研削、切削等の加工が必要となりコストの高いものとなってしまう。この加工を必要としない方法として例えば特開昭59-294808号公報で開示されるようにボンド法を用いることができる。

【0004】しかしながら、耐酸化性に関する抜本的な解決はなされておらず、前述焼結磁石と同様に耐酸化性が著しく劣るため、永久磁石材料として実用上耐え得ることは困難である。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】このように従来のR-Fe-B系、R-Fe-B-C系ボンド磁石では耐酸化性において抜本的な改善効果を得るには至っておらず、実用レベルでは耐酸化性に問題があった。

【0006】一般にR-Fe-B系、R-Fe-B-C系磁石は、耐酸化性を持たせるために、表面に強固な耐酸化性保護皮膜の形成が必須となるが、磁性合金粉末の場合、

その表面に強固な耐酸化性保護皮膜を形成し、さらに形成した膜が取れないような製造方法を確立しなければならない問題がある。本発明はこのような問題点を解決しようとするものである。優れた耐酸化性を付与された磁性合金粉末を用いて耐酸化性の優れたボンド磁石を提供しようとするものである。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明者等は、これらの問題点を解決するため、磁石表面を耐酸化性保護膜で被覆するという従来の巨視的な観念ではなく、微視的な観念による抜本的な耐酸化性の改善を鋭意検討した結果、磁性合金粉末中の磁性結晶粒の各々を耐酸化性保護膜で被覆するという従来技術では予想すら困難であった新規技術を見出すに至り、更には、従来技術ではもはや高い磁気特性が得られず実用範囲外とされていたB含有量2原子%未満領域でも実用に耐え得る良好な磁気特性を付与し得ることを新たに見出すことによって、耐酸化性が画期的に高められた新規なボンド磁石の提供を可能とした。

20 【0008】すなわち本発明は、R-Fe-B-C系の合金粉末（但し、RはYを含む希土類元素の少なくとも1種）であって且つ該合金粉末中の磁性結晶粒の各々が16重量%以下（0重量%を含まず）のCを含む耐酸化性保護膜で覆われている磁性合金粉末と、体積比率で50%以下の樹脂成分とからなる、R-Fe-B-C系ボンド磁石を提供するものである。ここで該磁性結晶粒は、粒径が好ましくは0.3~50 μ mの範囲にあり、この粒径の各結晶粒を覆っている粒界相の厚みは0.001~30 μ mの範囲である。本発明のボンド磁石における磁性合金粉末の好ましい組成（磁性結晶粒と耐酸化性保護膜を併せた全体の組成）は、原子百分比で、R:10~30%、B:7%以下好ましくは2%未満（0原子%を含まず）、C:0.1~20%、残部がFeおよび製造上不可避免の不純物からなり、Bは2%以上でも耐酸化性の効果は充分に発揮されるものではあるが、特にBが2%未満と少ない場合に磁気特性も充分に示しながら耐酸化性も顕著に良好となるものである。

40 【0009】（作用）このような耐酸化性は、本発明ボンド磁石を構成している磁性粉末中の各磁性結晶粒の周囲を適切なC含有量をもつ非磁性膜で覆ったことによって得られたものである。すなわち、本発明者等は非磁性相である粒界相に上記C（炭素）の所定量を含有せしめることにより、具体的には該膜の16重量%以下がCとなるように、好ましくは0.05~16重量%の範囲がCとなるように含有させることにより、この非磁性相に著しい耐酸化性機能を付与することができることを見出した。この耐酸化機能をもつ非磁性膜で各磁性結晶粒を被覆することにより、従来と同等のB含有量でも十分な耐酸化性効果を示すことができること、更に該C含有保護膜の形成はB量の低減を可能とし、これにより2原子%未満

でも、この磁性合金粉末と樹脂成分とからなるボンド磁石の磁気特性は従来と同等レベル以上でありながら耐酸化性が画期的に改善されることを見出した。

【0010】(発明の詳述) 本発明のボンド磁石はC(炭素)の利用の仕方に大きな特徴があるので、先ずこの点から説明する。R-Fe-B系磁石において、従来ではCは磁気特性および耐酸化性について消極的元素とされており、必須の添加元素とはされていなかった。

【0011】本発明者等は、CをBの単なる置換元素として含有させるのではなく、当該合金の磁性結晶粒を包囲する非磁性相(粒界)中にCを積極的に含有させるという添加の仕方をするならば、従来の常識に反してCは磁性合金粉末の耐酸化性に大きく寄与できることを見出したものであり、しかも、これによって、磁気特性の向上が図れることも明らかとなった。すなわち、このような磁性合金粉末における非磁性相へのCの含有によって、Bの含有量が公知の通常範囲であっても従来に比べて耐酸化性が改善され、特に2原子%未満のB量の場合にはその効果が更に著しいものになることがわかった。例えば従来ではBの含有量が2原子%未満ではiHcが1K0e以下になるとされていたのであるが、本発明では2原子%未満のB量であってもiHcは4K0e以上となる。このような本発明による新規な効果が磁性結晶粒の各々を包囲するC含有耐酸化性保護膜の形成によりもたらされる。このことから、これまでの耐酸化性の劣化及び磁気特性の低下をもたらしていたCを消極元素とする従来磁石とは全く異なり、Cを必須とする新規なボンド磁石の発明を完成することができた。

【0012】この場合、磁性結晶粒の各々を包囲するC含有耐酸化性保護膜は、C以外に磁性結晶粒を構成している合金元素の実質上全てを含むものである。このようなC含有耐酸化性保護膜の形成は、磁性合金粉末中における磁性結晶粒子間に存在する粒界層にCを含有せしめることにより可能となる。その理由については以下のように推察する。

【0013】つまり、該保護膜は上記磁性結晶粒を構成している合金元素の実質上全てを含むことから、特にR-Fe-C金属間化合物の生成によるところが大きいと考える。一般に希土類元素は錆やすく、また希土類元素の炭化物は加水分解されやすいと言われている。しかしながら、本発明による保護膜では不定比なR-Fe-C系の金属間化合物が生成していると推察され、これにより上記欠点が抑制されると考えられる。

【0014】このように、本発明者等は磁性合金粉末中の個々の磁性結晶粒をC含有耐酸化性保護膜で被覆することにより耐酸化性を著しく高め、更にはB含有量の低減により一層その効果が著しくなることを見出し、公知の技術では困難であった良好なボンド磁石を発明するに至った。

【0015】このC含有耐酸化性保護膜は、前記のよう

に磁性結晶粒を構成している合金元素の実質的に全てを含んでおり、且つそのC含有量は保護膜組成において16重量%(0重量%を含まず)であることが必要である。すなわち該保護膜中のCは磁石に耐酸化性を付与するだけでなく、Bの減少に伴うiHcの低下を抑制する効果をもたらすことから、その含有量は保護膜の組成において好ましくは0.05~16重量%さらに好ましくは0.1~12重量%を必須とする。Cの含有量が0.05重量%未満では耐酸化性を付与することが出来ず、またiHcが4K0e未満となる。一方保護膜中のC量が16重量%を超えると磁石のBrの低下が著しく、もはや実用が困難となる。

【0016】尚、本発明のボンド磁石において、磁性合金粉末中の保護膜の組成成分としては、C以外にも、磁性結晶粒とはその量比が異なるとしても、磁性結晶粒を構成している合金元素の実質上全てを含む。この保護膜の厚みについては個々の磁性結晶粒を均一に被覆してさえおれば、その厚みに依存せず耐酸化性は実質的に保持されるが、膜厚が0.001 μ m未満ではiHcの低下が著しく、また30 μ mを超えるとBrがもはや本発明で意図する値を満足しなくなるので、0.001 μ m~30 μ mの範囲、好ましくは0.005 μ m~15 μ mの範囲とするのがよい。なお、上記保護膜の厚みは粒界三重点も含むものである。この保護膜の厚みはTEMを用いて測定することができる。

【0017】一方、この耐酸化性保護膜で囲われる各磁性結晶粒自身は、周知のR-Fe-B-(C)系永久磁石と同様の組成であってもよい。しかしBが低量であっても本発明ボンド磁石の場合には良好な磁気特性を発現できる。本発明ボンド磁石における磁性合金粉末組成(磁性結晶粒と耐酸化性保護膜とを併せた全体の組成)は、好ましくは原子百分比で、R:10~30%、B:7%以下望ましくは2%未満(0%を含まず)、C:0.1~20%、残部:Feおよび製造上不可避免な不純物からなる。この磁性合金粉末によって所要の形状に成形されたボンド磁石とするのに体積比率で50%以下の樹脂成分を用いる。

【0018】本発明ボンド磁石の磁性合金粉末中の総C含有量は好ましくは0.1~20原子%である。該総C含有量が20原子%を超えるとBrの低下が著しく、一方、0.1原子%未満ではもはや耐酸化性を付与することが困難になる。このように、磁性合金粉末中の総C含有量としては、好ましくは0.1~20原子%とするが、前述の耐酸化性保護膜中のCは耐酸化性を付与するだけでなく、Bの減少に伴うiHcの低下を抑制する効果をもたらすことから、その含有量は保護膜の組成において、16重量%以下(0%を含まず)、好ましくは0.05~16重量%、さらに好ましくは0.1~12重量%を必須とする。Cの原料としてはカーボンブラック、高純度カーボンまたはNd-C、Fe-C等の合金を用いることができる。

【0019】Rは希土類元素であってY、La、Ce、Nd、Pr、Tb、Dy、Ho、Er、Sm、Gd、Eu、Pm、Tm、Yb及びLu

のうち一種又は二種以上が用いられる。尚、二種以上の混合物であるミッシュメタル、ジジム等も用いることができる。ここでRを好ましくは10~30原子%とするのは、この範囲内ではBrが実用上非常に優れているためである。

【0020】Bとしては、純ボロン又はフエロボロンを用いることができ、その含有量は公知の範囲である2原子%を超えても7原子%程度まで含有させても従来技術に比べて耐酸化性は著しく改善され、本発明の前記目的が達成されるのであるが、好ましくはBは2原子%未満、更に好ましくは1.8原子%以下においてより一層の効果がある。他方、B無添加では耐酸化性は良好となるもののiHcが極端に低下し、本発明の目的を達成できなくなる。フエロボロンとしてはAl、Si等の不純物を含有するものでも用いることができる。

【0021】本発明のボンド磁石は、前述のように、磁性合金粉末中の各々の磁性結晶粒は厚みが好ましくは0.001~30 μm 、さらに好ましくは0.005~15 μm の範囲のC含有耐酸化性保護膜で覆われているものであるが、その磁性結晶粒の粒径は好ましくは0.3~50 μm 、さらに好ましくは1~30 μm の範囲にある。磁性結晶粒の粒径が0.3 μm 未満になるとiHcが4K0e未満となり、また50 μm を超えるとiHcの低下が著しくなり、本発明磁石の特徴が損なわれる。なおこの結晶粒の粒径の測定はSEMによって、また組成分析はEPMAを用いて正確に行うことができる。

【0022】さらに本発明のボンド磁石は前記磁性合金粉末を樹脂成分で所要形状に成形したものであり、樹脂成分は体積比率50%以下、好ましくは5~40%とする。樹脂成分が5%以下では成形困難となり、50%を越える

と良好な磁気特性を発現できないからである。

【0023】樹脂成分としては熱可塑性樹脂、熱硬化性樹脂のいずれでも使用できる。例えば機械的・熱的性質およびその他の特性に優れる樹脂としてフェノール樹脂、フラン樹脂、ポリエステル樹脂、エポキシ樹脂、ポリウレタン樹脂、ケイ素樹脂、フッ素樹脂、ポリイミド樹脂、ポリアミド樹脂、ジアリルフタレート樹脂、ポリフエニルオキシサイド樹脂などが適宜選択される。また、磁性合金粉末は、樹脂との接着性を高め、機械的・熱的性質を向上するために、シランカップリング剤、チタネートカップリング剤、アルミニウムカップリング剤、ジルコアルミニートカップリング剤、機能性モノマーなど各種処理剤による表面処理も併用できる。必要に応じて可塑性、滑剤などが使用される。これらの可塑剤としては代表的なものとしてジブチルフタレート(DBP)、ジオクチルフタレート(DOP)、ジオクチルアジベート(DOA)などが使用できる。滑剤として代表的なものとして脂肪酸エステル、金属石鹸などが使用できる。

【0024】本発明のボンド磁石の磁性粉末を製造する方法としては、焼結体から粉碎する場合には、溶解・

造・粉碎・成形・焼結・粉碎または溶解・鑄造・粉碎・成形・焼結・粉碎・熱処理の一連の工程からなる従来同様の方法でも作製可能であるが、好ましくは上記製造プロセスにおいて、鑄造後に該鑄造合金を熱処理する工程を導入するか、または粉碎時若しくは粉碎後にC原料の一部若しくは全量を二次添加する工程を導入すること、さらにはこの二つの工程を組合わせて導入することによって、有利に製造できる。鑄造合金から粉碎する場合には、熱間塑性加工法を用い粉碎若しくは粉碎・熱処理することによって前述の効果を発揮する良好な磁性合金粉末を得ることが出来る。また、溶湯を噴霧法を用い粉末とする若しくは、その粉末を熱処理しても前述の効果を発揮する良好な磁性合金粉末を得ることができる。

【0025】ボンド磁石成形品は前記磁性合金粉末と樹脂成分を混合、成形、固化することにより製造できる。成形方法は、圧縮成形、射出成形、押出成形、静水圧成形などを用いることによって、前述の効果を発揮する本発明のボンド磁石を作製することができる。

【0026】なお、このような本発明によるボンド磁石は耐酸化性について従来材に比べ画期的に改善されることから、従来のようにボンド磁石の最外表面を耐酸化性の保護被膜で被覆しなくても、磁石自身が極めて優れた耐酸化性を有するので、場合によっては前記の最外表面の保護被膜は不要となる。

【0027】このように本発明によれば、従来材に比べて耐酸化性が著しく改善され、また良好な磁気特性を有することから、種々の磁石応用製品に好適に用いられる。磁石応用製品としては、例えば次の製品が挙げられる。DCブラシレスモーター、サーボモーター等の各種モーター；駆動用アクチュエーター、光学ピックアップ用F/IAクチュエーター等の各種アクチュエーター；スピーカー、ヘッドホン、イヤホン等の各種音響機器；回転センサー、磁気センサー等の各種センサー；MRI等の電磁石代替製品；リードリレー、有極リレー等の各種リレー；ブレーキ、クラッチ等の各種磁気カップリング；ブザー、チャイム等の各種振動発振機；マグネットセパレーター、マグネットチャック等の各種吸着用機器；電磁開閉器、マイクロスイッチ、ロッドレスエアシリンダー等の各種開閉制御機器；光アイソレーター、クライストロン、マグネトロン等の各種マイクロ波機器；マグネット発電器；健康器具、玩具等である。なお、このような磁石応用製品は一例であり、これらに限定されるものではない。

【0028】また、本発明によるボンド磁石の特徴は、錆びにくい高い環境温度で使用しても、従来材よりも特性の劣化は少なく、又従来材のように磁石品の最外露出表面に耐酸化性保護被膜を形成しなくても高い磁気特性を保持しながら該磁石自身に優れた耐酸化性が付与されていることから、別途の該保護被膜が不要となることはもとより、特殊な環境用として保護被膜の必要が生じた場合

でも、磁石内部からの錆の発生がない、保護被膜を形成するさいの接着性が良好であると共に、被膜の剥離や被膜厚みの変動による寸法精度の問題等が解消される。この面からも耐酸化性を必要とする用途には最適なボンド磁石を提供できる。以下に実施例を挙げる。

【0029】

【実施例1】原料として純度99.9%の電解鉄、ボロン含有量19.32%のフェロボロン合金及び純度98.5%（不純物として他の希土類金属を含有する）ネオジウム金属を使用し、組成比（原子比）として20Nd-72Fe-1Bとなるように計量・配合し、真空中、高周波誘導炉で溶解した後、水冷銅鋳型中に鋳込み、合金塊を得た。このようにした得られた合金塊をジョークラッシャーで10~15mmに破碎し、次いで700℃で5時間保持した後、50℃/分の速度で冷却した。更にこの合金塊をアルゴンガス中でスタンプミルを用いて-100meshまで粗砕した後、組成比（原子比）が20Nd-72Fe-1B-7Cとなるように、更に純度99.5%のカーボンブラックを該粗砕粉に添加し、次いで、振動ミルを用いて平均粒子径5 μ mまで粉砕した。このようにして得られた合金粉末を10K0eの磁界中1ton/cm²の圧力で形成した後、アルゴンガス中1100℃で2時間保持した後、急冷し、焼結体を得た。このようにした得られた焼結体をアルゴンガス中でスタンプミルを用いて-100meshまで粗砕し磁性合金粉末を得た。この磁性合金粉末における耐酸化性保護膜中のカーボン含有量は4.3重量%であり、保護膜の厚みは0.012~6.3 μ m、磁性結晶粒径は1.3~29 μ mであった。

【0030】このようにして得られた磁性合金粉末にアルゴンガス中で体積比率12%のエポキシ樹脂を添加し、混練機で混練し、この混練物を20K0e磁界中で4ton/cm²で形成した後130℃×1時間、加熱硬化させてボンド磁石を得た。なお、比較例1として、原料はカーボンブラックを除き上記実施例1と同一とし、組成比（原子比）が20Nd-74Fe-6Bとなるように計量・配合し、実施例1と同様に（但しカーボンブラックは無添加）溶解後、粗砕、微粉碎、磁場成形焼結、急冷、粉砕した磁性合金粉末を得たのち、実施例1と同様にこの磁性合金粉末を混練、磁場成形、加熱硬化してボンド磁石を得た。このようにして得られたボンド磁石の耐酸化性の評価（耐候性試験）として、温度80℃、湿度90%の恒温・恒湿下で96時間放置した時のBrとiHcのそれぞれの減磁率を表1に示した。

【0031】表1から明らかなように、本発明による実施例1の（C含有保護膜で各磁性結晶粒を被覆してなる磁性合金粉末から作製された）ボンド磁石では96時間後の減磁率がBr：-1.6%、iHc：-14.1%と極めて小さく、耐酸化性が著しく向上していることが認められる。また顕微鏡による表面観察でも錆の発生は認められなかった。

【0032】これに対して、保護膜をもたない磁性合金粉末から作成された比較例1のボンド磁石ではわずか96時間の放置時間で錆が激しくサンプル形状をとどめず測定不能となった。

【0033】また、表1には磁気特性としてVSMを用いて測定したBr、iHc及び(BH)_{max}の値も示した。本発明によるボンド磁石は比較例1のものに比べて耐酸化性が著しく優れるが、同時に磁石特性も同等以上であることがわかる。

10 【0034】

【実施2~3】実施例1で使用した磁性合金粉末とエポキシ樹脂を表1に示す体積比率になるように配合した以外は全て実施例1と同様の操作を行いボンド磁石を得た。このようにして得られたボンド磁石の耐酸化性および磁気特性を実施例1と同一の方法で評価し、その結果を表1に記載示した。

【0035】表1から明らかなように本発明によるボンド磁石は比較例1のものに比べて耐酸化性が著しく優れ、また磁石特性も同等以上であることがわかる。

20 【0036】

【実施例4】原料として純度99.9%の電解鉄、ボロン含有量19.32%のフェロボロン合金、純度99.5%のカーボンブラック及び純度98.5%（不純物として他の希土類金属を含有する）ネオジウム金属を使用し、組成比（原子比）として20Nd-72Fe-1B-7Cとなるように計量・配合し、真空中、高周波誘導炉で溶解した後、アトマイズ法を用いて-100meshとし合金粉末を得た。このようにして得られた合金粉末をアルゴンガス中で700℃で5時間保持した後、50℃/分の冷却速度で冷却し磁性合金粉末を得た。この磁性粉末における耐酸化性保護膜中のカーボン含有量は3.9重量%である。保護膜の厚みは0.010~6.5 μ m、また磁性結晶粒は1.2~32 μ mであった。

【0037】このようにして得られた磁性結晶粉末にアルゴンガス中で体積比率12%のエポキシ樹脂を添加して混練機で混練したうえ、この混練物を4ton/cm²で形成した後、130℃×1時間、加熱硬化させてボンド磁石を得た。なお、比較例2として、原料はカーボンブラックを除き上記実施例1と同一とし、組成比（原子比）が20Nd-74Fe-6Bとなるように計量・配合し、溶解後、アトマイズ法にて、磁性合金粉末を得たのち、実施例4と同様に、この磁性合金粉末を混練、成形、加熱硬化してボンド磁石を得た。このようにして得られたボンド磁石の耐酸化性および磁気特性を実施例1と同一の方法で評価し、その結果を表1に示した。表1から明らかなように本発明によるボンド磁石は比較例のものに比べて耐酸化性が著しく優れ、また磁石特性も同等以上であることがわかる。

【0038】

【表1】

	耐酸化性			体積 比率 (%)	Br (KG)	iHc (KDe)	B H H H (%COe)
	外観	$\Delta Br(\%)$	$\Delta iHc(\%)$				
実施例 1	○	-1.6	-14.1	12	8900	9800	17.2
実施例 2	○	-1.4	-13.9	21	8200	9900	16.0
実施例 3	○	-1.3	-13.5	36	7200	10100	11.5
実施例 4	○	-1.4	-12.3	12	6400	10800	8.6
比較例 1	×	測定不可	測定不可	12	8700	4700	8.8
比較例 2	×	測定不可	測定不可	12	6100	5900	5.2

注) ○: 錆認められず、×: 錆の発生あり

フロントページの続き

(72)発明者 出射 美喜男
東京都千代田区丸の内一丁目8番2号同和
鉱業株式会社内

(72)発明者 上田 俊雄
東京都千代田区丸の内一丁目8番2号同和
鉱業株式会社内
(72)発明者 久野 誠一
東京都千代田区丸の内一丁目8番2号同和
鉱業株式会社内

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☒ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☒ **LINE(S) OR MARK(S) ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.